

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 06-033164

(43)Date of publication of application : 08.02.1994

(51)Int.Cl.

C22C 1/04
B22F 1/02
B22F 3/20
C22C 1/10
C22C 21/06

(21)Application number : 04-209552

(71)Applicant : TOYOTA CENTRAL RES & DEV LAB INC

(22)Date of filing : 13.07.1992

(72)Inventor : NONOYAMA FUMIO
KONDO MIKIO
KAWAURA HIROYUKI

(54) PRODUCTION OF NITRIDE DISPERSED AL ALLOY MEMBER

(57)Abstract:

PURPOSE: To easily obtain the member having excellent rigidity, strength and wear resistance and stable quality by hot working the powder formed with a nitride in the surface part obtd. by heating Al alloy powder contg. Mg in a nitrogen atmosphere.

CONSTITUTION: A large amt. of AlN is formed on the powder surface in a solid phase or half solid phase region of 500 to 600°C when the Al alloy powder contg. the Mg is prepd. and is heated in the nitrogen-contg. atmosphere. The Al alloy powder is plastically deformed and the AlN formed on the surface is finely ground and is dispersed into the Al alloy when the powder formed with the nitride in the surface part is hot worked to the desired phase material. The particle-dispersed Al alloy is produced in the production process for the blank material of the powder in such a manner. Further, the bond between the particles of the Al alloy powder and the bond between the Al alloy and the AlN are intensified and the desired nitride-dispersed Al alloy member is obtd.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the
examiner's decision of rejection or application
converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

* NOTICES *

Japan Patent Office is not responsible for any damages caused by the use of this translation.

1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2. **** shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

CLAIMS

[Claim(s)]

[Claim 1] the nitride distribution aluminum alloy characterized by the process for which the end of aluminum alloy powder containing Mg is prepared, the process which this powder is heated [process] in nitrogen content atmosphere, and makes the surface section of this powder generate a nitride, the process which carries out hot working of the powder which generated this nitride in the surface section to a request configuration member, and the shell bird clapper -- the manufacture method of a member

[Translation done.]

* NOTICES *

Japan Patent Office is not responsible for any damages caused by the use of this translation.

1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2. **** shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

DETAILED DESCRIPTION

[Detailed Description of the Invention]

[0001]

[Industrial Application] the nitride distribution aluminum alloy which this inventions are an automobile, an aircraft, etc. and is used as lightweight and parts for which high rigidity, high intensity, and abrasion resistance are needed -- it is related with the manufacture method of a member

[0002]

[Description of the Prior Art] Since specific gravity is small and specific strength is high, aluminum alloy is widely used for aircraft parts etc. However, if compared with steel, it has the fault of being inferior to rigidity, a high temperature strength, abrasion resistance, etc. In order to compensate this fault of aluminum alloy, development of aluminum alloy machine composite material which distributed the particle of ceramics or the staple fiber, the whisker, etc. is performed briskly. Among these, compared with the staple fiber or the whisker distribution aluminum alloy, fabricating, such as forging, is comparatively easy for the particle distribution aluminum alloy which distributed the particle of ceramics, and it is called material near practical use in aluminum alloy machine composite material.

[0003] the particle distribution aluminum alloy which distributed the ceramic particle in aluminum alloy -- as the manufacture method of a member, the end of aluminum alloy powder and ceramic particle which are called powder method are mixed, and most methods (11 (1988) industrial material 36- 53) of fabricating by HIP, hot extrusion, etc. are used. Moreover, the method (11 (1988) industrial material 36- 53) of carrying out stirring mixture and making aluminum alloy molten metal called casting solidify a ceramic particle is also used. Furthermore, the manufacturing method of aluminum alloy composite material which is made to carry out reaction generation of the compound into aluminum alloy and is distributed, and the so-called in-situ process (12 (1990) light metal 40- 936) are also studied.

[0004]

[Problem(s) to be Solved by the Invention] In the aforementioned powder method, it holds to an elevated temperature in vacuum or a non-oxidizing atmosphere after mixing the end of aluminum alloy powder, and ceramic powder, and the adsorbate of front faces, such as hydrogen and moisture, is removed, and after that, processing of hot extrusion, hot rolling, etc. is added, and it fabricates, destroying a surface oxide, and is provided as a material of cylindrical or a tabular. Since these processes are complicated, and are long and the cost of a ceramic particle is also expensive, the particle distribution aluminum alloy manufactured by this method will become very expensive. Moreover, by this method, in the process which mixes the end of aluminum alloy powder, and ceramic powder, in order for condensation of ceramic powder to tend to take place and to make it distribute uniformly, know-how is required for a mixed method, and great time is needed. Therefore, when producing so much and using it, the stability of quality poses a problem.

[0005] Moreover, in casting, the quality by which there was the problem and it was stabilized in the dispersibility of a ceramic particle is not obtained.

[0006] Furthermore, an in-situ process is a research stage and has left the technical problem to the dispersibility of a resultant, and control of a size.

[0007] This invention persons did detailed research about the problem of said conventional technology. Although it has the above-mentioned trouble in manufacturing aluminum alloy machine composite material by the powder method, the material using the end of aluminum alloy powder can attain detailed-izing of crystal grain, and detailed-ization of a crystallization object and a sludge, and has the mechanical property which was excellent compared with the composite material manufactured with casting. Then, employing the feature of a powder method efficiently, the process was simple than before, research was repeated wholeheartedly that the method of offering aluminum alloy machine composite material excellent in abrasion resistance should be developed, and the following points were perceived.

[0008] In order to make AlN generate from aluminum alloy conventionally, aluminum alloy needed to be heated at 800

degrees C or more, and it needed to be made to react with nitrogen in the state of melting. Therefore, it was thought impossible to make the front face in the end of aluminum alloy powder generate AlN below with melting temperature, for example, the temperature of 500-600 degrees C. However, when this invention persons heated the end of aluminum alloy powder containing Mg in nitrogen-gas-atmosphere mind, they are 500-600-degree C solid phase or a half-solid phase field, and found out that a lot of AlN(s) generated on this powder front face. Then, this end of aluminum alloy powder is made to deform plastically, and when making AlN generated on the front face grind finely, as a result of thinking that a particle distribution aluminum alloy can be manufactured in the material manufacture process in the end of aluminum alloy powder and repeating research by completely different method from the former, it comes to accomplish this invention.

[0009] this invention aims at offering the manufacture method of aluminum alloy machine composite material which is excellent in rigidity, intensity, and abrasion resistance, and can be carried out still simpler by manufacturing a particle distribution aluminum alloy in the material manufacture process in the end of aluminum alloy powder like the above-mentioned.

[0010]

[Means for Solving the Problem] the nitride distribution aluminum alloy of this invention -- the manufacture method of a member is characterized by the bird clapper from the process for which the end of aluminum alloy powder containing Mg is prepared, the process which this powder is heated [process] in nitrogen content atmosphere, and makes the surface section of this powder generate a nitride, and the process which carries out hot working of the powder which generated this nitride in the surface section to a request configuration member

[0011] In the process for which the end of aluminum alloy powder is prepared, although Mg must be contained during the end of aluminum alloy powder it prepares, especially the manufacture method is not limited. Especially the method of heating the end of aluminum alloy powder containing Mg which is the following process in nitrogen content atmosphere, and making a front face generate AlN is not limited. For example, a container may be made to fill up with the end of aluminum alloy powder, or it may fabricate by pressurization, and may consider as a green compact, and heating maintenance may be carried out in nitrogen gas. Moreover, you may make this powder front face generate AlN, making the end of aluminum alloy powder flow in nitrogen-gas-atmosphere mind using a fluid bed furnace etc.

[0012] Next, although especially the method is not limited about the process which carries out hot working, either, it is good preferably to carry out by methods, such as hot extrusion or hot rolling.

[0013]

[Function] As described above, there is a method of carrying out heating maintenance and manufacturing pure aluminum powder in nitrogen gas, as a manufacturing method of AlN powder, conventionally. This method needs to make heating temperature 1000 degrees C or more while needing a catalyst for generation of AlN. Therefore, since aluminum is in a melting state, when making aluminum powder into a Plastic solid and nitriding it, it has the trouble that the configuration is unmaintainable.

[0014] In the method of this invention, the end of aluminum alloy powder Mg is included first is prepared. The surface section is made to generate AlN at the following process in this end of aluminum alloy powder. If the end of aluminum alloy powder containing Mg is used, aluminum is nitrided without needing a catalyst only by heating at the low temperature of 500-600 degrees C in nitrogen-gas-atmosphere mind, and AlN can be generated on a powder front face. although it is not yet clear about the operation whose Mg under composition lowers the nitriding temperature in the end of aluminum alloy powder -- aluminum alloy powder -- since a firm oxide film exists in a front face at last, it is said that it has barred surface reaction, such as nitriding and the further oxidization inside It is thought that Mg has the operation which destroys the oxide film on this front face of powder. Surface aluminum is nitrided by destruction of this oxide film and it is presumed that AlN is carried out. In a 500-600 aforementioned degrees C temperature requirement, aluminum alloy is in solid phase or a half-solid phase field, and aluminum alloy machine composite material, i.e., an AlN distribution aluminum alloy, can be manufactured in the manufacture process of the material using the end of aluminum alloy powder.

[0015] In the following process, hot working is performed to the powder which generated Above AlN in the surface section. Since a stiff is the very weak matter, if AlN makes the end of aluminum alloy powder deform plastically with hot working, it will destroy and it will be distributed in aluminum alloy. It can destroy finely and dispersibility of AlN also improves, so that workability is large at this time. Furthermore, the combination during the end of aluminum alloy powder and combination of aluminum alloy and AlN also become strong.

[0016] The nitride distribution aluminum alloy member manufactured by this method comes into aluminum alloy matrix in the organization which AlN distributed uniformly minutely like the metal machine composite material which mixed ceramic powder into this aluminum alloy. Therefore, the rigidity (Young's modulus) of this aluminum alloy, a room

temperature and a high temperature strength, and abrasion resistance can be raised.

[0017]

[Effect of the Invention] According to the manufacture method of the nitride distribution aluminum alloy of this invention, the vacuum for performing degasifying and hot working which are performed in the material manufacture process in the end of aluminum alloy powder usually performed, or nonoxidizing-atmosphere heating can be performed in nitrogen-gas-atmosphere mind, and a nitride distribution aluminum alloy can be manufactured only by changing the temperature and the management conditions of time. Furthermore, it is premised on performing combination during the end of aluminum alloy powder with hot working, and especially cleanliness on the front face of powder is not taken as a problem like [in the case of the usual powder method].

[0018] In hot working, the workability is enlarged, it is only destroying AlN formed in the front face in the end of aluminum alloy powder, and a nitride distribution aluminum alloy member can be manufactured. Therefore, the particle distribution aluminum alloy excellent in rigidity, intensity, and abrasion resistance can be offered by the low cost simple.

[0019]

[Example] Hereafter, this invention is explained based on an example.

[0020] (Example of this invention) 0.2 - 5% of the content of Mg in aluminum alloy is desirable. In this range, the AlN layer of practically sufficient thickness is generable. When Mg contains in aluminum alloy, AlN can be formed in the front face of this powder, without fusing the end of aluminum alloy powder. The following experiments confirmed that only Mg presented this operation among alloy elements. The container was filled up with the alloy containing Mg shown in Table 1, and each end of aluminum alloy powder it does not contain, and nitride generation processing was performed as heating temperature [of 540 degrees C], and heating holding-time 1 hour, it asked for the weight rate of change of each powder, and the effect of Mg was checked. The density ratio of the green compact before heating to theoretical density is about 50%.

[0021]

[Table 1]

| A l 合金 (J I S) | 標準成分 | | | | | | | |
|---------------------|-------|------|-----|------|-----|-----|------|------|
| | A l | C u | S i | M n | M g | Z n | F e | C r |
| A 1 0 5 0 | >99.5 | | | | | | | |
| A 2 0 2 4 | bal | 4.3 | | 0.6 | 1.5 | | | |
| A 3 0 0 3 | bal | 0.1 | | 1.3 | | | | |
| B A 4 3 4 3 | bal | | 7.5 | 0.6> | | | 0.8> | |
| A 5 0 5 2 | bal | | | | 2.5 | | | 0.25 |
| A 6 0 6 1 | bal | 0.27 | 0.6 | | 1.0 | | | 0.2 |
| A 7 4 7 5 | bal | 1.6 | | | 2.5 | 5.6 | | 0.26 |

單位：重量%

[0022] As for aluminum alloy (A1050, A3003, bus available4343) with which a weight does not contain Mg during composition although the increase, i.e., AlN, is generated so much, in aluminum alloy (A2024, A5052, A6061, A7475) which contains Mg during composition, a weight is hardly changing from drawing 1 which showed the result. That is, AlN is hardly generated. In addition, AlN was checked according to the X diffraction.

[0023] Moreover, particle size is 149 micrometers the end of aluminum alloy powder it prepares. The following (100-mesh passage) is good. Desirably, it is 20-50 micrometers. The range is good. If particle size exceeds 149 micrometers, in order that a surface area may decrease, while time becomes long making the nitride of the specified quantity generate, distribution of AlN after hot working becomes uneven. Although it is good if compared more than it in 50-100 micrometers, in order to make it distribute uniformly, 50 micrometers or less are desirable. Moreover, since the handling of powder becomes bad in less than 20 micrometers, it is not desirable.

[0024] Next, when making the end of aluminum alloy powder into a green compact, 60 - 85% of the ratio of the density of

this green compact to theoretical density is desirable. AlN is so much generable, so that drawing 2 which showed the density ratio of the green compact before heating to the theoretical density at the time of setting the end of aluminum alloy powder to A2024 and the relation with the amount of AlN generation may show and the opening between lows, i.e., fine particles, has much density of a green compact. However, at less than 60%, this density ratio cannot hold the configuration of a green compact, but it becomes difficult to convey [of a green compact] it. In this case, a means to make a configuration hold needs to be filled up with the end of aluminum alloy powder in a container etc. Moreover, if 85% is exceeded, nitrogen gas will not trespass even upon the interior of fine particles, but uniform AlN will be hard to be generated.

[0025] Next, when carrying out heating maintenance of the end of aluminum alloy powder in nitrogen gas as restoration or a green compact at a container, this heating temperature is made into 500-600 degrees C. A low case has few amounts of AlN generated than 500 degrees C. Moreover, although it changes with kinds of aluminum alloy, if 550-600 degrees C is exceeded, the end of aluminum alloy powder fuses and the configuration of a green compact cannot be held.

Furthermore, contraction of a Plastic solid takes place to an AlN generate time quickly, and nitrogen gas does not trespass even upon the interior of a Plastic solid, therefore AlN cannot be uniformly generated easily by the whole Plastic solid.

[0026] Drawing 3 is the result of investigating the amount of AlN generation to the heating temperature in the inside of the nitrogen-gas-atmosphere mind at the time of using the end of aluminum alloy powder (A2024). The density ratio of the green compact before heating to theoretical density is 84%, and the heating holding time is 1 hour. Drawing 3 shows heating temperature serving as a peak near 540 degree C, and decreasing more than by it. At an elevated temperature, although this nitrides the surface section of a green compact quickly, it is for the opening between powder closing, barring the invasion inside of nitrogen gas, and on the other hand, suppressing internal nitriding by contraction accompanying it. In addition, when a container is filled up with the end of aluminum alloy powder and it heats in nitrogen-gas-atmosphere mind, the inclination shown in drawing 3 does not change.

[0027] The holding time is controlled according to heating temperature according to the amount of AlN generated. Especially the conditions of nitrogen-gas-atmosphere mind are not limited. For example, you may be the atmosphere furnace into which the nitrogen gas currently used for the usual industrial use is made to flow. Therefore, condition management is not so severe as the atmosphere for degasifying. Moreover, when filling up a container and generating AlN, in order to make AlN form uniformly, after performing once processing, it is good to reverse the release section and the pars basilaris ossis occipitalis of a container, and to carry out reheating maintenance further.

[0028] Moreover, when filling up a container with the end of aluminum alloy powder and making a nitride generate, heating temperature and time are the same as that of the case of a green compact almost.

[0029] Moreover, as the end of aluminum alloy powder may not solidify in formation of AlN using the fluid bed furnace which uses nitrogen gas for the gas for fluidization, it may heat in nitrogen gas, and you may manufacture the end of aluminum alloy powder which made the uniform AlN layer form in a front face. At this time, the heating temperature requirement is the same as that of the above, and the heating holding time as well as the above is controlled according to heating temperature according to the amount of AlN made to generate. Green-compact fabrication is carried out, this end of an AlN alloy powder that made this AlN layer generate is heated, and the next hot working is performed.

[0030] Thus, the amount of AlN(s) composite-ized into aluminum alloy is controllable the density of a green compact, heating temperature, and by managing heating time further.

[0031] Next, as long as hot working can give plastic deformation uniformly to the whole aluminum alloy powder-molding object, it may not limit especially and methods, such as hot extrusion usually performed, hot rolling or forging, and a swage, may be used for it. The range of a working temperature of 400-500 degrees C is desirable. As for hot working, it is good to carry out, after reheating to hot-working temperature, once cooling the Plastic solid in the end of aluminum alloy powder heated at 500-600 degrees C in nitrogen-gas-atmosphere mind to direct hot-working temperature or cooling to a room temperature. It is good to heat in a vacuum or nonoxidizing atmosphere desirably. As for hot working, it is good to heat a die temperature at 300-500 degrees C in order to suppress cooling under processing by metal mold. It is good to make equal the hot-working temperature which is the temperature of a Plastic solid desirably, and a die temperature. Thereby, a working temperature with the highest ductility of a Plastic solid and a working speed can be chosen.

[0032] When based on hot extrusion, as for an extrusion ratio, ten or more are desirable. Less than by ten, AlN formed in the front face in this end of aluminum alloy powder cannot be destroyed finely, and it cannot distribute uniformly. An extrusion ratio is so good that it is large. the deformation resistance of aluminum alloy which extrudes the upper limit of an extrusion ratio with extrusion temperature, and is decided from speed, and metal mold -- what is necessary is just to decide by the relation with intensity

[0033] Also about hot rolling, rolling conditions, i.e., a working temperature, the working speed, and the die temperature are the same as that of hot extrusion, and 80% or more of the rolling reduction showing workability is desirable.

[0034] (Example)

[0035] (Manufacture of a nitride distribution aluminum alloy) Particle size prepared the aluminum alloy-powder end (A2024) of below 74 micrometers (200-mesh passage). Next, after considering as the green compact on the processing conditions which show this powder in Table 2 and performing nitriding treatment, hot extrusion was performed, it heat-treated further (T6 processing), and the nitride distribution aluminum alloy member (examples A, B, and C) was produced.

[0036]

[Table 2]

| 試料 No. | 処理条件 | | | AlNの 体積率 % | 硬さ Hv | 引張強さ kgf/mm ² | 伸び % |
|-------------|---------------|------|-------|------------------|----------|-----------------------------|---------|
| | ρ/ρ_0 | 加熱温度 | 加熱時間 | | | | |
| 実 施 例 | A | 49 % | 540°C | 2 時間 | 365 | 65 | 1 |
| | B | 49 % | 530°C | 1 時間 | 175 | 62 | 5 |
| | C | 73 % | 540°C | 1 時間 | 145 | 55 | 15 |
| 比較例 C1 | | | | 窒化処理なし | 145 | 55 | 17 |

[0037] Drawing 4 shows the result which solidified a part of sample (example C) which carried out nitriding treatment with coining between heat, and analyzed the metal texture of a sample cross section by EPMA. As for the film made on A2024 powder front face, this result shows that aluminum and N are principal components. Moreover, the crystal structure of this sample was also investigated with the X-ray diffraction method. Consequently, the film made on A2024 powder front face is dense hexagonal AlN, and is not a compound containing Mg. According to the chemistry handbook in crystallized AlN, Mohs hardness is the very hard matter of 9.

[0038] Hot extrusion was performed by the heating temperature of 500 degrees C, 350 degrees C of die temperatures, and the extrusion ratio 12, and ground AlN formed in the front face in the end of aluminum alloy powder. Then, T6 processing (490-degree-C and 180 degrees-C x 8 hours of solution-ized aging) of the sample was carried out. In this way, the rate of AlN volume, hardness, tensile strength, and elongation were measured using the made nitride distribution aluminum

alloy.

[0039] Moreover, three sorts, A2024 (example C1 of comparison) which is not performing nitriding treatment, A2024 (example C2 of comparison) which distributed 2% of SiC powder (particle size of 2 micrometers), and an antifriction aluminum alloy (aluminum-17%Si alloy) (example C3 of comparison), were prepared as an example of comparison. The antifriction aluminum alloy carried out hot working of the end of a rapidly solidified powder, and the SiC distribution A2024 processed SiC powder and A2024 powder between mixed post heating, and produced them, respectively. These are the dispersion-strengthening aluminum alloys which made Si row distribute SiC, and are used as a wear-resistant material. About C1, the rate of AlN volume, hardness, tensile strength, and elongation were measured like the example among the samples of the example of these comparison. Moreover, about the examples C2 and C3 of comparison, the wear-resistant examination which combines with C1 and carries out a postscript was also performed.

[0040] The rate of AlN volume measured the specific gravity after extrusion, and asked for it by calculation from A2024 alloy and the specific gravity of AlN. Hardness was measured using the Vickers hardness meter. The load was set to 1kg at this time. Tensile strength was measured by the universal testing machine. At this time, 5mm and the distance between the gage marks of the diameter of the used test piece are 30mm. In addition, the direction of extrusion of a material was made into the direction of tension of a test piece in this test piece manufacture. Moreover, elongation measured and found the distance between the gage marks after fracture.

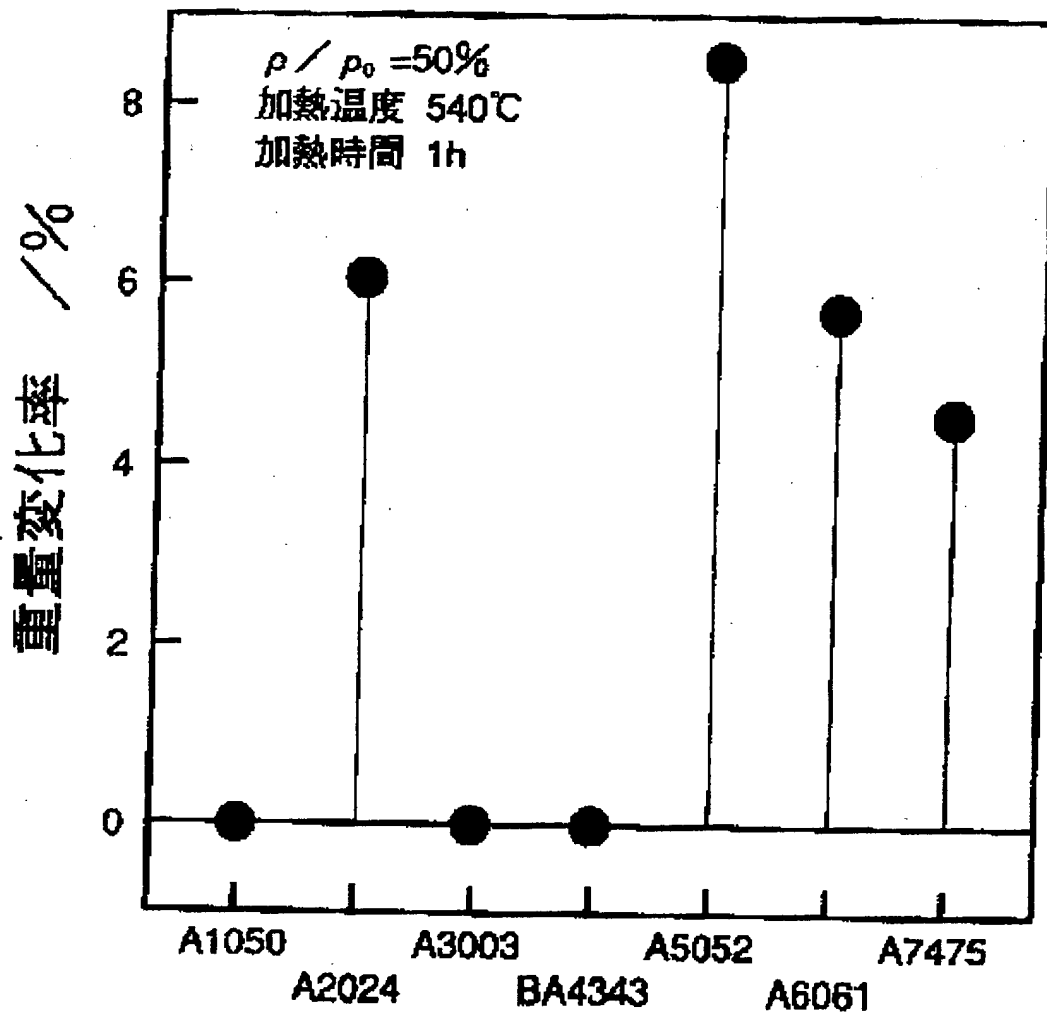
[0041] The measurement result of each aforementioned item is also simultaneously shown in Table 2. It turns out that elongation is falling by hardness and tensile strength increasing from this result, so that the rate of volume of AlN is large. Moreover, such measured value shows the value which was excellent in all compared with the sample of A2024 which is not performing nitriding treatment shown as an example of comparison.

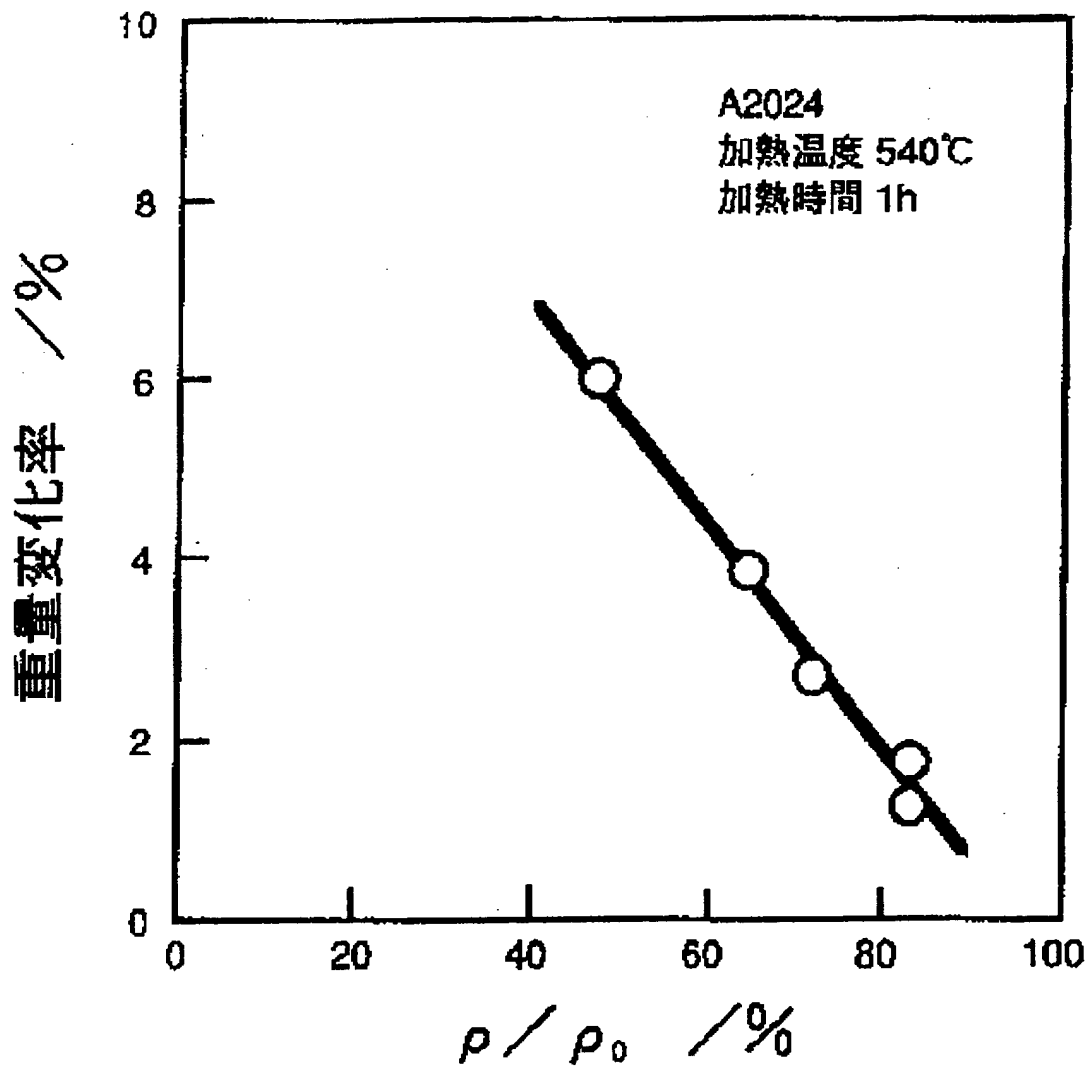
[0042] The photograph of the metal texture of the cross section of the sample corresponding to A, B, and C is shown in drawing 5 among Table 2. AlN which generated all on the front face in the end of aluminum alloy powder is ground, and signs that AlN is distributing in aluminum alloy matrix are observed.

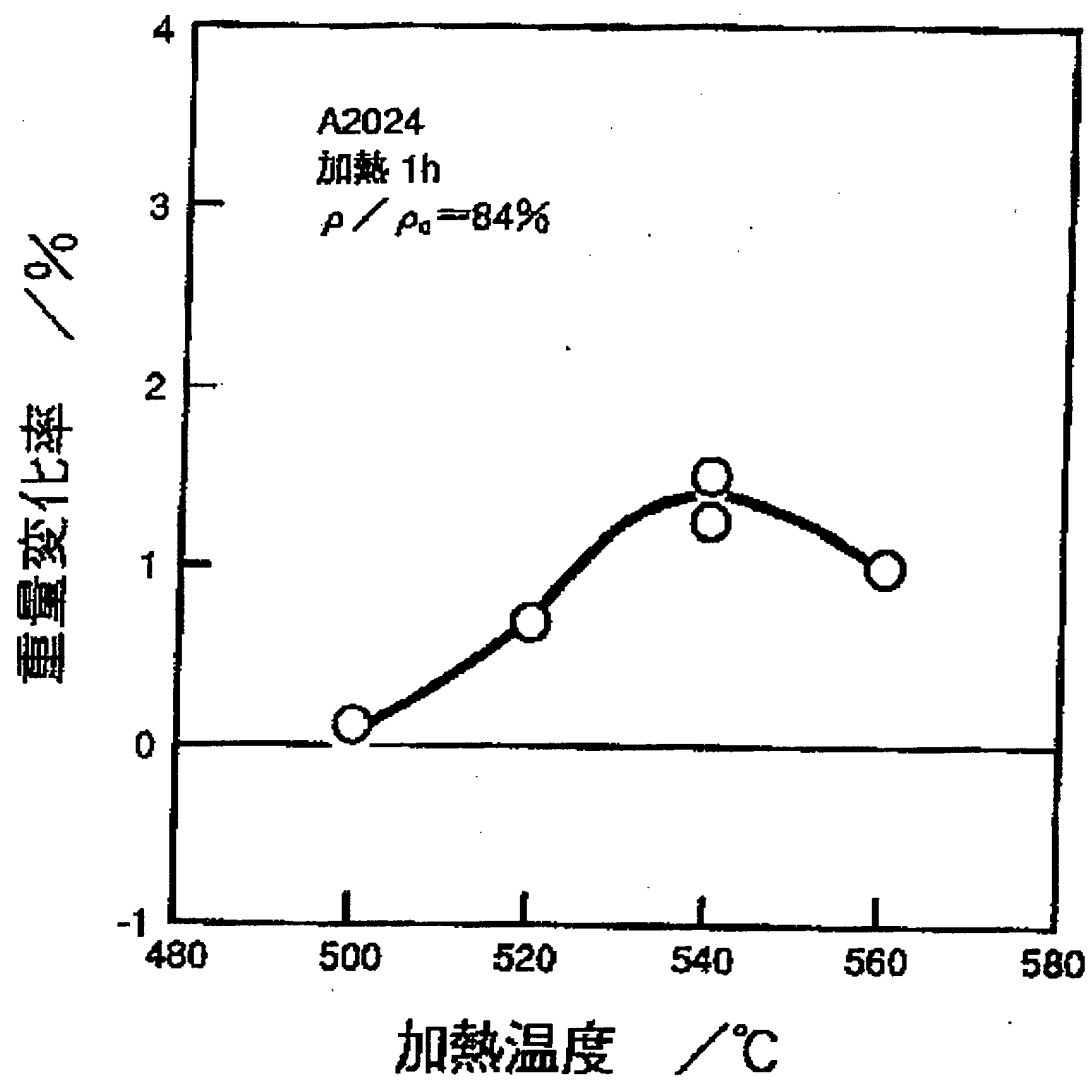
[0043] (Wear-resistant examination) The wear-resistant examination was performed using the test piece of A, B, and C which were manufactured by the method of this example shown in Table 2. The examination was performed by the pin-on disc method. S55C (Hv300) was used for the pin test piece at disk material (partner material) using the test piece of A, B, and C shown in Table 2. It sets in the base oil (additive-free mineral oil) held at 100 degrees C, and is 2 50 kgf/mm planar pressure. Made the disk carry out pressurization contact of the pin, set sliding speed as 0.3 m/s, it was made to slide for 30 minutes, a subsequent pin and weight change of a disk were measured, and abrasion loss was calculated.

[0044] A test result is shown in drawing 6 with the example of comparison. In this drawing, a horizontal axis shows the kind of test piece and a vertical axis shows weight change of a pin and a disk. Most disks which the nitride distribution aluminum alloy manufactured by the method of this example has little abrasion loss, and are partner material are not worn out. It has stopped furthermore, almost wearing out as the amount of generation of AlN increases. This shows that the AlN distribution aluminum alloy manufactured by the method of this example has the outstanding abrasion resistance.

[Translation done.]







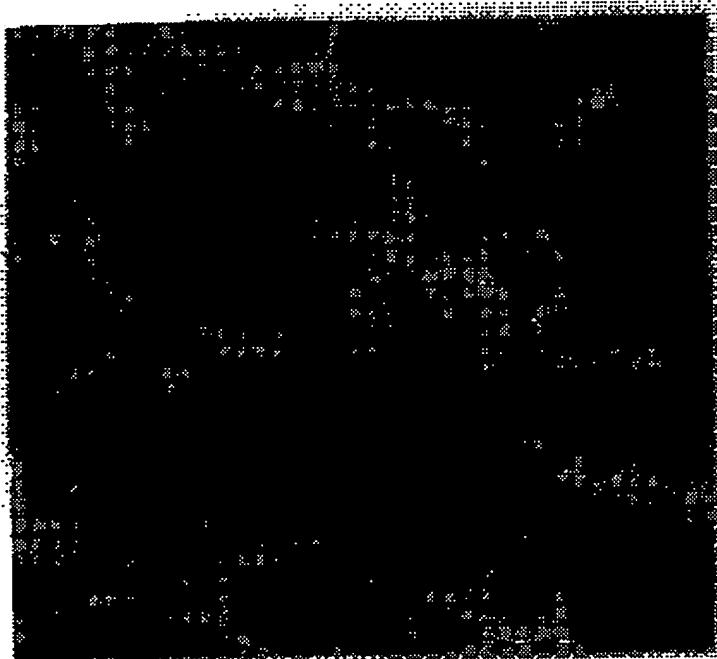
図面化用写真

BEST AVAILABLE COPY

Al-K α



N-K α

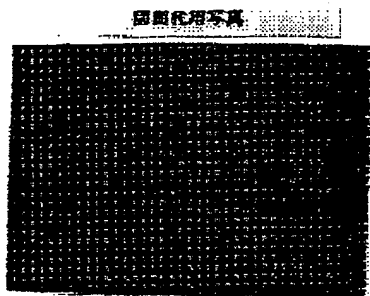


10 μ m

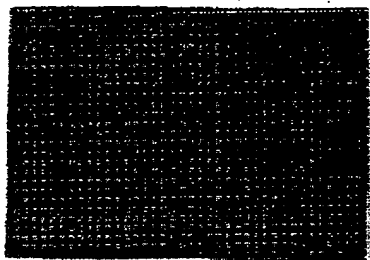
写真

Drawing selection drawing 5

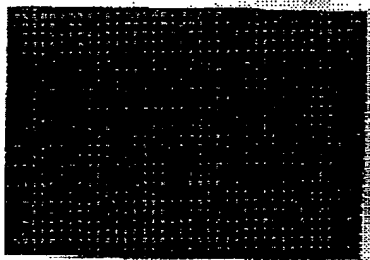
BEST AVAILABLE COPY



(A)



(B)



(C)

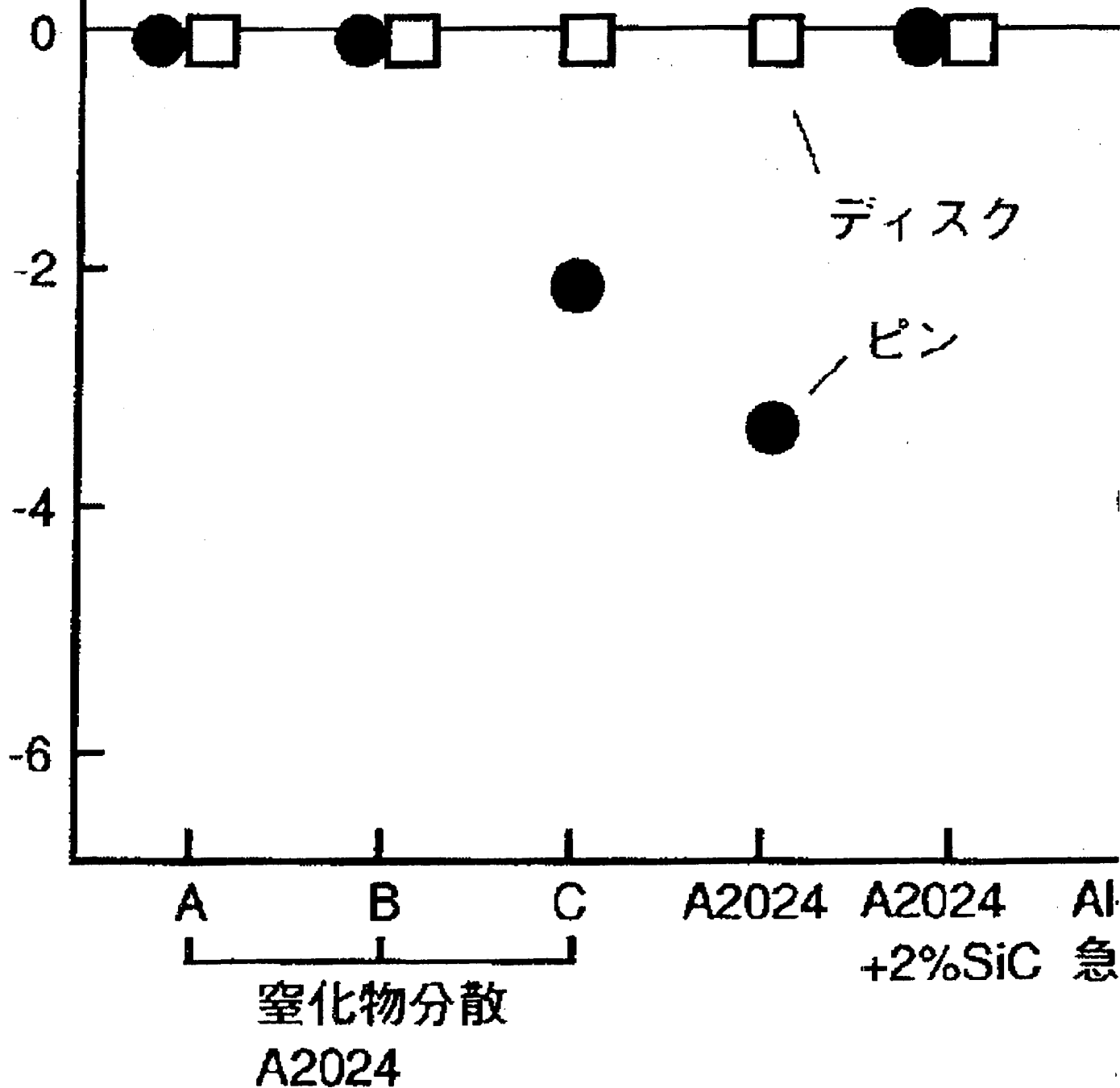


25 μm

[Translation done.]

ディスク（相手）；S55C
100℃ベースオイル
 $P=50\text{kgf/mm}^2$, 0.3m/s

重量変化 / mg



(19)日本特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11)特許出願公開番号

特開平6-33164

(43)公開日 平成6年(1994)2月8日

| (51)Int.Cl. ⁵ | 識別記号 | 序内整理番号 | F I | 技術表示箇所 |
|--------------------------|------|--------|-----|--------|
| C 2 2 C 1/04 | | C | | |
| B 2 2 F 1/02 | | F | | |
| | 3/20 | C | | |
| C 2 2 C 1/10 | | J | | |
| 21/06 | | | | |

審査請求 未請求 請求項の数1(全 8 頁)

| | | | |
|----------|-----------------|---------|---|
| (21)出願番号 | 特願平4-209552 | (71)出願人 | 000003609 株式会社豊田中央研究所 愛知県愛知郡長久手町大字長嶺字横道41番地の1 |
| (22)出願日 | 平成4年(1992)7月13日 | (72)発明者 | 野々山 史男 愛知県愛知郡長久手町大字長嶺字横道41番地の1 株式会社豊田中央研究所内 |
| | | (72)発明者 | 近藤 幹夫 愛知県愛知郡長久手町大字長嶺字横道41番地の1 株式会社豊田中央研究所内 |
| | | (72)発明者 | 川浦 宏之 愛知県愛知郡長久手町大字長嶺字横道41番地の1 株式会社豊田中央研究所内 |

(54)【発明の名称】 窒化物分散A1合金部材の製造方法

(57)【要約】

【目的】 A1合金粉末を用いた素材の製造プロセスの中で、粒子分散A1合金を製造することにより、剛性、強度、耐磨耗性に優れ、簡便に実施できる窒化物分散A1合金部材の製造方法を提供する。

【構成】 Mgを含有するA1合金粉末を準備する工程と、該粉末を窒素含有雰囲気中で加熱し、該粉末の表面部に窒化物を形成させる工程と、該窒化物を表面部に生成した粉末を所望形状部材に熱間加工する工程と、からなることを特徴とする。

(2)

特開平6-33164

1

【特許請求の範囲】

【請求項1】 Mgを含有するAl合金粉末を準備する工程と、
該粉末を窒素含有雰囲気中で加熱し、該粉末の表面部に窒化物を生成させる工程と、
該窒化物を表面部に生成した粉末を所望形状部材に熱間加工する工程と、 かなることを特徴とする窒化物分散Al合金部材の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】 本発明は、自動車、航空機などで、軽量かつ高剛性、高強度、耐摩耗性が要求される部品として使用される窒化物分散Al合金部材の製造方法に関する。

【0002】

【従来の技術】 Al合金は、比重が小さく、比強度が高いことから、航空機部品などに広く利用されている。しかしながら、鋼に比べれば、剛性、高温強度、耐摩耗性などに劣るという欠点を有している。Al合金のこの欠点を補うために、セラミックスの粒子または短繊維、ウイスカなどを分散させたAl合金基複合材料の開発が盛んに行われている。これらのうち、セラミックスの粒子を分散させた粒子分散Al合金は、短繊維やウイスカ分散Al合金に比べて、鍛造などの二次加工が比較的容易であり、Al合金基複合材料の中では、最も実用に近い材料と言われている。

【0003】 Al合金中にセラミックス粒子を分散させた粒子分散Al合金部材の製造方法としては、粉末法と呼ばれる、Al合金粉末とセラミックス粒子とを混合して、HIP、熱間押出しなどで成形する方法（工業材料36-11（1988）、53）が最も多く利用されている。また、鑄造法と呼ばれる、Al合金溶湯にセラミックス粒子を攪拌混合して凝固させる方法（工業材料36-11（1988）、53）も利用されている。さらに、Al合金中に化合物を反応生成させて分散させるAl合金複合材料の製造法、いわゆるin-situプロセス（軽金属40-12（1990）、936）も研究されている。

【0004】

【発明が解決しようとする課題】 前記粉末法では、Al合金粉末とセラミックス粉末を混合後、真空または非酸化雰囲気中で高温に保持して、水素、水分などの表面の吸着物を除去し、その後、熱間押出し、熱間圧延などの加工を加えて、表面の酸化物を破壊しながら成形して棒状または板状の素材として提供される。これらの工程は複雑で長く、また、セラミックス粒子のコストも高価なことから、この方法で製造した粒子分散Al合金は非常に高価なものとなる。またこの方法では、Al合金粉末とセラミックス粉末を混合する工程において、セラミックス粉末の凝集が起こりやすく、均一に分散させるに

2

は、混合方法にノウハウが必要であり、多大な時間を必要とする。したがって、多量に生産し、使用するときには品質の安定性が問題となる。

【0005】 また、鑄造法では、セラミックス粒子の分散性に問題があり安定した品質が得られない。

【0006】 さらに、in-situプロセスは、研究段階であり、反応生成物の分散性や大きさの制御に課題を残している。

【0007】 本発明者らは、前記した従来技術の問題に関し、詳細な研究を行った。粉末法によりAl合金基複合材料を製造する場合には前述の問題点を有しているものの、Al合金粉末を用いた素材は、結晶粒の微細化や晶出物、析出物の微細化が図れ、鑄造法で製造した複合材料に比べて優れた機械的性質を有している。そこで、粉末法の特長を生かしたまま、従来より工程が簡便で耐摩耗性に優れたAl合金基複合材料を提供する方法を開発すべく鋭意研究を重ね、以下の点に着眼した。

【0008】 従来、Al合金からAlNを生成させるためにはAl合金を800℃以上に加熱し溶融状態で窒素と反応させる必要があった。そのため、Al合金粉末の表面に溶融温度以下、例えば500～600℃の温度でAlNを生成させることは不可能と考えられていた。ところが、本発明者らは、Mgを含むAl合金粉末を窒素雰囲気中で加熱したところ、500～600℃の固相または半固相領域で、該粉末表面に多量のAlNが生成することを見出した。そこでこのAl合金粉末を塑性変形させ、その表面に生成したAlNを細かく粉砕させれば、従来とはまったく異なった方法により、Al合金粉末の素材製造プロセスの中で粒子分散Al合金を製造できるのではないかと考え研究を重ねた結果、本発明を成すに至ったものである。

【0009】 本発明は、前述の如く、Al合金粉末の素材製造プロセスの中で、粒子分散Al合金を製造することにより、剛性、強度、耐摩耗性に優れ、さらに簡便に実施できる、Al合金基複合材料の製造方法を提供することを目的とする。

【0010】

【課題を解決するための手段】 本発明の窒化物分散Al合金部材の製造方法は、Mgを含有するAl合金粉末を準備する工程と、該粉末を窒素含有雰囲気中で加熱し、該粉末の表面部に窒化物を生成させる工程と、該窒化物を表面部に生成した粉末を所望形状部材に熱間加工する工程とかなることを特徴とする。

【0011】 Al合金粉末を準備する工程において、準備するAl合金粉末中には、Mgが含まれなければならないが、その製造方法は特に限定しない。次の工程であるMgを含有するAl合金粉末を窒素含有雰囲気中で加熱し、表面にAlNを生成させる方法は、特に限定しない。例えば、Al合金粉末を容器に充填させるか、または加圧により成形して圧粉体とし、窒素ガス中で加熱保

(3)

特開平6-33164

3

待してもよい。また、流動層炉などを用いて、A1合金粉末を窒素雰囲気中で流動させながら、該粉末表面にA1Nを生成させてもよい。

【0012】次に、熱間加工する工程についてもその方法は特に限定しないが、好ましくは、熱間押出し、または熱間圧延等の方法により行うとよい。

【0013】

【作用】前記したように、従来A1N粉末の製造法として、純A1粉末を窒素ガス中で、加熱保持して製造する方法がある。この方法はA1Nの生成に触媒を必要とするとともに加熱温度を1000℃以上にする必要がある。したがって、A1は熔融状態にあるためA1粉末を成形体とし窒化させる場合にはその形状を維持できないという問題点がある。

【0014】本発明の方法においては、先ずMgを含むA1合金粉末を準備する。次の工程で、このA1合金粉末表面部にA1Nを生成させる。Mgを含むA1合金粉末を用いると、窒素雰囲気中で500～600℃の低い温度で加熱するのみで、触媒を必要とせずにA1が窒化され、粉末表面にA1Nを生成することができる。組成中のMgがA1合金粉末の窒化温度を下げる作用については未だ明らかではないが、A1合金粉末表面には強固な酸化膜が存在するため、それが窒化や内部へのさらなる酸化などの表面反応を妨げているといわれている。Mgはこの粉末表面の酸化膜を破壊する作用があると考えられる。この酸化膜の破壊によって、表面のA1が窒化され、A1Nをすると推定される。前記500～600℃の温度範囲では、A1合金は固相または半固相領域にあり、A1合金粉末を用いる素材の製造プロセスの中でA1合金基複合材料、すなわちA1N分散A1合金を製造30

【0015】次の工程において、前記A1Nを表面部に生成した粉末に熱間加工を施す。A1Nは、硬いが非常に脆い物質であるため、熱間加工によってA1合金粉末を塑性変形させると、破壊して、A1合金中に分散する。このとき、加工度が大きいほど、A1Nは細かく破壊でき、分散性も向上する。さらに、A1合金粉末間の結合、およびA1合金とA1Nの結合も強くなる。

4

【0016】この方法で製造した窒化物分散A1合金部材は、該A1合金にセラミックス粉末を混合した金属基複合材料と同じように、A1合金マトリックス中に、A1Nが微細に均一に分散した組織になる。したがって、該A1合金の剛性（ヤング率）、室温および高温強度、耐磨耗性を向上させることができる。

【0017】

【発明の効果】本発明の窒化物分散A1合金の製造方法によれば、通常行われているA1合金粉末の素材製造プロセスにおいて行われている、脱ガスおよび熱間加工を行うための真空または無酸化雰囲気加熱を、窒素雰囲気中で行い、その温度および時間の管理条件を変更するのみで窒化物分散A1合金を製造することができる。さらに、A1合金粉末間の結合は熱間加工で行うことを前提にしており、通常の粉末法の場合のように粉末表面の清浄度は特に問題としていない。

【0018】熱間加工においては、その加工度を大きくし、A1合金粉末表面に形成されたA1Nを破壊することのみで、窒化物分散A1合金部材を製造することができる。そのため、剛性、強度、耐磨耗性に優れた粒子分散A1合金を簡単に低コストで提供することができる。

【0019】

【実施例】以下、実施例に基づいて本発明を説明する。

【0020】（本発明の具体例）A1合金中のMgの含有量は、0.2～5%が望ましい。この範囲において実用上十分な厚さのA1N層を生成できる。A1合金中にMgが含有されることによりA1合金粉末を溶解せずに該粉末の表面にA1Nを形成できるのである。合金元素のうちMgのみがかかる作用を呈することは以下の実験によって確かめた。表1に示すMgを含有する合金と含有しない各A1合金粉末を容器に充填し、加熱温度540℃、加熱保持時間1時間として、窒化物生成処理を行い、各粉末の重量変化率を求め、Mgの効果を確認した。理論密度に対する加熱前の圧粉体の密度比は、約50%である。

【0021】

【表1】

(4)

特開平6-33164

5

6

| Al 合金 (JIS) | 標準成分 | | | | | | | |
|----------------|-------|------|-----|------|-----|-----|------|------|
| | Al | Cu | Si | Mn | Mg | Zn | Fe | Cr |
| A1050 | >99.5 | | | | | | | |
| A2024 | bal | 4.3 | | 0.6 | 1.5 | | | |
| A3003 | bal | 0.1 | | 1.3 | | | | |
| BA4343 | bal | | 7.5 | 0.6> | | | 0.8> | |
| A5052 | bal | | | | 2.5 | | | 0.25 |
| A6061 | bal | 0.27 | 0.6 | | 1.0 | | | 0.2 |
| A7475 | bal | 1.6 | | | 2.5 | 5.6 | | 0.26 |

単位：重量%

【0022】結果を示した図1から、組成中にMgを含むAl合金(A2024、A5052、A6061、A7475)は、重量が増加、すなわちAlNが多量に生成されているが、組成中にMgを含まないAl合金(A1050、A3003、BA4343)は、重量がほとんど変化していない。すなわち、AlNがほとんど生成されていない。なお、AlNはX線回折により確認した。

【0023】また、準備するAl合金粉末は、粒径が149 μ m(100メッシュ通過)以下が良い。望ましくは、20~50 μ mの範囲が良い。粒径が149 μ mを越えると表面積が減少するため、所定量の窒化物を生成させるのに時間が長くなるとともに、熱間加工後のAlNの分散が不均一になる。50~100 μ mでは、それ以上に比べれば良好であるが、均一に分散させるためには50 μ m以下が望ましい。また、20 μ m未満では粉末の取り扱いが悪くなるので好ましくない。

【0024】次に、Al合金粉末を圧粉体とする場合、理論密度に対する該圧粉体の密度の比は、60~85%が望ましい。Al合金粉末をA2024とした場合の理論密度に対する加熱前の圧粉体の密度比と、AlN生成量との関係を示した図2からわかるように圧粉体の密度が低い、すなわち粉体間の空隙が多いほど、AlNを多量に生成できる。しかし、該密度比が60%未満では、圧粉体の形状を保持できず、圧粉体の搬送が困難となる。この場合には、Al合金粉末を容器内に充填するなど、形状を保持させる手段が必要である。また、85%を越えると粉体内部にまで窒素ガスが侵入せず、均一なAlNが生成されにくい。

【0025】次に、Al合金粉末を容器に充填または圧粉体として窒素ガス中で加熱保持する場合、該加熱温度は500~600℃とする。500℃より低い場合には、生成されるAlNの量が少ない。また、Al合金の

種類によって異なるが、550~600℃を越えると、Al合金粉末が溶融して圧粉体の形状が保持できない。さらに、AlN生成時に成形体の収縮が急速に起こり、成形体の内部にまで窒素ガスが侵入せず、そのためAlNが成形体全体に均一に生成されにくい。

【0026】図3は、Al合金粉末(A2024)を用いた場合の窒素雰囲気中での加熱温度に対するAlN生成量を調べた結果である。理論密度に対する加熱前の圧粉体の密度比は84%、加熱保持時間は1時間である。図3から、加熱温度が540℃付近でピークとなり、それ以上では減少することがわかる。これは、高温では、圧粉体の表面部は急速に窒化するが、反面それに伴う収縮によって、粉末間の空隙が閉じてしまい、内部への窒素ガスの侵入を防ぎ、内部の窒化を抑制するためである。なお、Al合金粉末を容器に充填して窒素雰囲気中で加熱した場合にも図3に示す傾向は変わらない。

【0027】保持時間は、生成されるAlNの量に応じて、加熱温度に合わせて制御する。窒素雰囲気中の条件は、特に限定しない。例えば、通常の工業用に使用されている窒素ガスを流入させる雰囲気炉であってもよい。したがって、脱ガスのための雰囲気はどの条件管理は厳しくない。また、容器に充填してAlNを生成する場合には、均一にAlNを形成させるため、一度処理を行った後、容器の解放部と底部を反転して、さらに再加熱保持するとよい。

【0028】また、Al合金粉末を容器に充填して窒化物を生成させる場合も、加熱温度、時間は圧粉体の場合とほぼ同様である。

【0029】また、AlNの形成には、流動化用のガスに窒素ガスを用いる流動層炉を用いて、Al合金粉末が固まらないようにして窒素ガス中で加熱し、表面に均一なAlN層を形成させたAl合金粉末を製造してもよい。このとき、加熱温度範囲は前記と同様であり、加熱

(5)

特開平6-33164

7

保持時間も前記同様に、生成させるA1Nの量に応じて、加熱温度に合わせて制御する。このA1N層を生成させた該A1N合金粉末を圧粉体成形し、加熱して次の熱間加工を行う。

【0030】このように、A1合金に複合化するA1N量は、圧粉体の密度、加熱温度、さらに加熱時間を管理することにより制御することができる。

【0031】次に、熱間加工は、A1合金粉末成形体全体に均一に塑性変形を与えることができれば、特に限定するものではなく、通常行われている熱間押しや熱間圧延あるいは鍛造、スウェージなどの方法を用いてもよい。加工温度は400～500℃の範囲が望ましい。熱間加工は、窒素雰囲気中で500～600℃に加熱したA1合金粉末の成形体を直接熱間加工温度まで冷却するか、一旦室温まで冷却した後、熱間加工温度まで再加熱してから行うのがよい。望ましくは真空または無酸化雰囲気中で加熱するのがよい。熱間加工は、金型による加工中の冷却を抑制するため、金型温度を300～500℃に加熱するのがよい。望ましくは成形体の温度である熱間加工温度と金型温度を等しくするのがよい。これにより、成形体の延性が最も高い加工温度、加工速度を選ぶことができる。

【0032】熱間押しによる場合は、押し比は10以上が望ましい。10未満では該A1合金粉末表面に形成したA1Nを、細かく破壊して、均一に分散することができない。押し比は大きいほどよい。押し比の上限は、押し温度と押し速度から決まるA1合金の変形抵抗と金型強度との関係で決めればよい。

【0033】熱間圧延についても、圧延条件すなわち加工温度、加工速度、金型温度は、熱間押しと同様であり、加工速度を表す圧下率は80%以上が望ましい。

【0034】(実施例)

【0035】(窒化物分散A1合金の製造) 粒径が74μm(200メッシュ通過)以下のA1合金粉末(A2024)を準備した。次に、該粉末を表2に示す処理条件で圧粉体とし、窒化処理を行った後、熱間押しを行い、さらに熱処理(T6処理)を行って窒化物分散A1合金部材(実施例A、B、C)を作製した。

【0036】

【表2】

8

| 材料 番号 | 処理条件 | | | A1Nの 体積率 % | 硬さ HV | 引張強さ kgf/mm ² | 伸び % |
|----------|-----------------------|-----------|------------|------------------|----------|-----------------------------|---------|
| | D/D ₀ % | 加熱温度 ℃ | 加熱時間 時間 | | | | |
| A | 48 | 540 | 2 | 40 | 365 | 85 | 1 |
| B | 49 | 530 | 1 | 20 | 175 | 62 | 5 |
| C | 73 | 540 | 1 | 11 | 145 | 55 | 15 |
| 比較例C1 | 窒化処理なし | | | 0 | 145 | 55 | 17 |

【0037】図4は、窒化処理した試料(実施例C)の一部を熱間コイニングにより固化して試料断面の金属組織をEPMAで分析した結果を示す。この結果から、A2024粉末表面にできた膜は、A1とNが主成分であることがわかる。また、X線回折法により、同試料の結晶構造も調査した。その結果、A2024粉末表面にできた膜は、緻密六方晶のA1Nであり、Mgを含む化合物ではない。結晶化したA1Nは、化学便覧によればモース硬度が9の非常に硬い物質である。

【0038】熱間押しは、加熱温度500℃、金型温度350℃、押し比12で行い、A1合金粉末表面に形成されたA1Nを粉砕した。その後、試料をT6処理(溶体化490℃、時効180℃×8時間)した。こうしてできた窒化物分散A1合金を用いて、A1N体積率、硬さ、引張り強さ、および伸びを測定した。

【0039】また、比較例として、窒化処理を行っていないA2024(比較例C1)、2%のSiC粉末(粒

(6)

特開平6-33164

9

径2 μm)を分散させたA2024(比較例C2)、および耐摩耗A1合金(A1-17%Si合金)(比較例C3)の3種を準備した。耐摩耗A1合金は急冷凝固粉末を熱間加工して、また、SiC分散A2024はSiC粉末とA2024粉末を混合後熱間加工してそれぞれ作製した。これらはSiならびにSiCを分散させた分散強化A1合金であり、耐摩耗性材料として使われている。これら比較例の試料のうち、C1については実施例と同様、A1N体積率、硬さ、引張り強さ、および伸びを測定した。また、比較例C2、C3についてはC1と併せて後記する耐摩耗性試験も行った。

【0040】A1N体積率は、押出し後の比重を測定し、A2024合金およびA1Nの比重から計算により求めた。硬さは、ピッカース硬度計を用いて測定した。このとき、荷重は1kgとした。引張り強さは、万能試験機により測定した。このとき、用いた試験片の直径は5mm、標点間距離は30mmである。なお、該試験片製作にあたっては、素材の押出し方向を試験片の引張り方向とした。また、伸びは破断後の標点間距離を測定して求めた。

【0041】表2には、前記各項目の測定結果も同時に示す。この結果から、A1Nの体積率が大きいほど、硬さ、引張り強さは増加し、伸びは低下していることがわかる。また、これらの測定値は、比較例として示す窒化処理を行っていないA2024の試料に比べ、いずれも優れた値を示している。

【0042】図5には、表2中、A、B、Cに対応する試料の断面の金属組織の写真を示す。いずれもA1合金粉末表面に生成したA1Nが粉砕されて、A1NがA1合金マトリックス中に分散している様子が観察される。

【0043】(耐摩耗性試験)表2に示す本実施例の方法により製造したA、B、Cの試験片を用いて、耐摩耗性試験を行った。試験はピンオンディスク法により行っ*

10

また、ピン試験片には、表2に示すA、B、Cの試験片を用い、ディスク材(相手材)にはS55C(Hv300)を用いた。100℃に保持したベースオイル(無添加鉱油)中において、面圧50kgf/mm²で、ピンをディスクに加圧接触させ、滑動速度を0.3m/sに設定し、30分間滑動させ、その後のピンおよびディスクの重量変化を測定して摩耗量を求めた。

【0044】図6には試験結果を比較例とともに示す。同図において、横軸は試験片の種類を示し、縦軸はピンおよびディスクの重量変化を示す。本実施例の方法で製造した窒化物分散A1合金は、摩耗量が少なく、また相手材であるディスクもほとんど摩耗していない。さらに、A1Nの生成量が多くなるにつれ、ほとんど摩耗しなくなっている。このことから、本実施例の方法により製造したA1N分散A1合金は、優れた耐摩耗性を有していることがわかる。

【図面の簡単な説明】

【図1】各種工業用A1合金に対するA1N生成量の変化を示す図である。

20 【図2】A1合金粉末(A2024)を窒素雰囲気中で加熱処理したときの理論密度に対する加熱前の圧粉体の密度比と重量変化率(A1N生成量)の関係を示す図である。

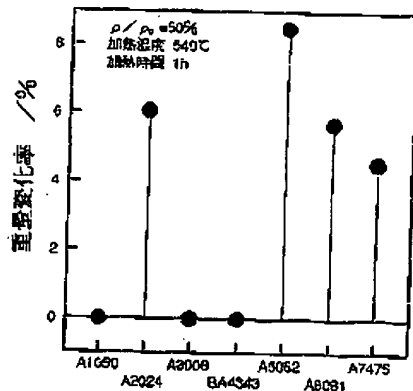
【図3】A1合金粉末(A2024)を窒素雰囲気中で加熱処理したときの加熱温度と重量変化(A1N生成量)の関係を示す図である。

【図4】実施例において、試料を窒素雰囲気中で加熱処理した後の試料断面の金属組織をEPMAで分析した結果を示す図である。

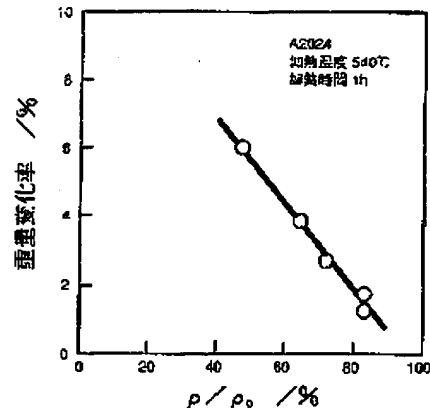
30 【図5】実施例において、A1N生成量を変化させたときの試料断面の金属組織を示す図である。

【図6】実施例において、耐摩耗性試験結果を示す図である。

【図1】



【図2】

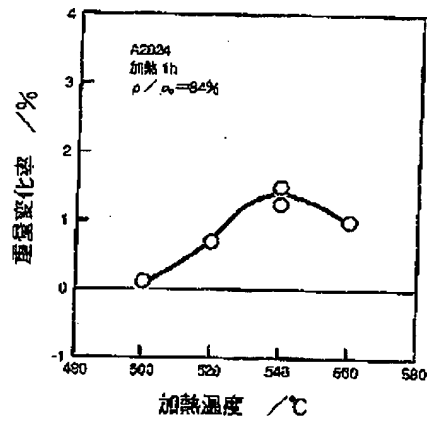


BEST AVAILABLE COPY

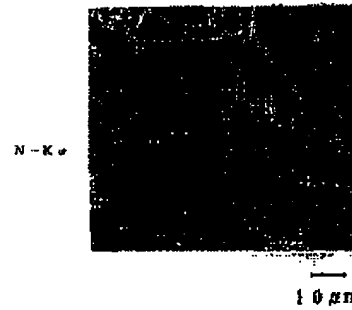
(7)

特開平6-33164

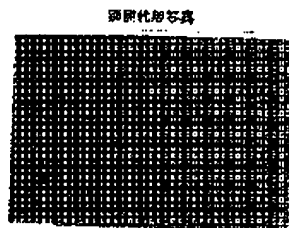
【図3】



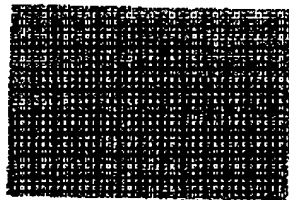
【図4】



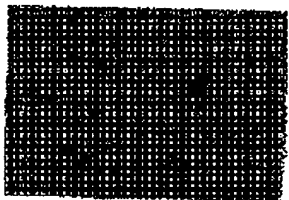
【図5】



(A)



(B)



(C)

写真

25 μm

(8)

特開平6-33164

【図6】

